SNI 07-1349-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji
Barat lapis timah

ICS 77.120.60

Badan Standardisasi Nasional

CARA UJI BERAT LAPIS TIMAH

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji berat lapis timah untuk celup panas dan lapis listrik.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

- Contoh lapis timah untuk penetapan berat lapis timah berbentuk bulat dengan diameter 57,33 mm ± 0,02 mm, dengan luas satu permukaan 25,81 cm^2.
- Contoh tidak boleh terkotori oleh minyak, lemak dan lain-lain yang akan mengganggu dalam peralatan.

3. CARA UJI

Cara uji dapat dilakukan sesuai dengan salah satu cara dibawah ini.

3.1. Cara Bendix

- Cara ini dipakai untuk penetapan berat lapis timah pada pelat baja.

3.2. Cara Elektrolisa arus konstan

- Cara ini dipakai untuk penetapan berat lapis timah dan bagian dari lapis timah dimana ada timah bebas yang ada pada paduan.

3.3. Cara Sellar's

- Cara ini dipakai untuk penetapan berat total timah yang dipindahkan dari satu luas permukaan lapis timah.

3.4. Cara Referee

- Cara ini dipakai untuk penetapan berat lapis timah dalam (11,22 gr/m^2 — 33,66 gr timah/m^2).

3.5. Cara Bendix

3.1.1. Prinsip

Kedalam larutan timah dari anoda lapis timah dalam larutan HCl encer, ditambahkan larutan baku Kalium iodida Kalium iodat berlebih, dengan jumlah tertentu.
Kelebihan Iodium dari larutan Kalium Iodida — Kalium Iodat dititrasi kembali dengan larutan baku Natrium tio sulfat dengan indikator kanji.

3.1.2. Pereaksi

Pereaksi yang digunakan adalah p.a dan air yang digunakan adalah air suling.

a. Larutan Asam Klorida, HCl (1,7 — 2,0 N)
Tambahkan 1 bagian HCl pekat (bj — 1,19, 36,5 — 38 %) kedalam 5 bagian air dan aduk dengan baik.

b. Larutan baku kalium Iodida — kalium Iodat (0,0975 N).
Timbang 3,48 gr KIO_3, 21,74 gr KI dan 1,21 gr NaOH. Larutkan dalam

1 liter air.

Bakukan sebagai berikut :

- Timbang 0,2700 gr Standar Timah
- Masukkan kedalam erlenmeyer 500 ml
- Tambahkan 200 ml HCl (1 + 1)
- Hubungkan erlenmeyer dengan tabung gas CO_2, dan alirkan gas CO_2 kedalamanya.
- Sambil erlenmeyer dialiri dengan CO_2, panaskan perlahan-lahan, tidak sampai mendidih sekali.
- Setelah timah larut, tambah 0,5 gr antimon dan 2 gr aluminium murni.
- Panaskan sampai aluminium larut sempurna dan digest selama 10 menit.
- Dinginkan erlenmeyer pada suhu ruangan dengan air mengalir dibawahnya sambil dialiri gas CO_2.
- Pisahkan erlenmeyer dari gas CO_2 dan titrasi dengan larutan Kalium Iodida — Kalium Iodat dengan indikator kanji.

  Hitung normalitas larutan timah sebagai berikut :

$$T = A/B$$

A = Berat timah (0,2700 g) gram.
B = Jumlah larutan KIO_3 — KI yang digunakan untuk titrasi (ml).
T = Normalitas timah ($\frac{\text{gram timah}}{\text{ml lar } KI - KIO_3}$)

c. Larutan baku Natrium tio sulfat
(untuk lapisan diatas 11,22 gr/m^2)

- Timbang 15,11 gr $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ dan 1,11 gr NaOH
- Larutkan dalam 1 liter air dan simpan dalam botol warna gelap.
- Setelah larutan disimpan selama 72 jam, kocok dan bakukan sebagai berikut :

  Hubungkan botol pada alat Bendix dan titrasi 20 ml larutan baku KIO_3 — KI dengan larutan tio Sulfat mempergunakan prosedur yang sama dengan yang dipakai pada penetapan berat lapisan, tetapi tidak mempergunakan contoh.

  Timah setara dengan larutan $Na_2S_2O_3$ dalam gr/m^2, ini sama dengan $\frac{20}{A}$ x I x 387,45 dimana A, larutan Natrium tio sulfat yang digunakan untuk menitrasi 20 ml lar baku KIO_3 — KI.

d. Larutan baku Natrium tio sulfat
(untuk lapisan 11,22 gr/m^2 dan dibawahnya)

- Timbang 6,57 gr $N_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ dan 2,78 NaOH
- Larutkan dalam 1 liter air dan simpan dalam botol warna gelap yang tertutup.
- Simpan larutan 72 jam, kocok kembali dan bakukan dengan prosedur yang sama yang digunakan untuk membuat larutan $Na_2S_2O_3$ tetapi hanya menggunakan 10 ml KIO_3 — KI.

e. Larutan kanji

— Panaskan 200 ml air suling sampai mendidih dalam botol berwarna gelap dan tambahkan per-lahan-lahan 2,5 gr larutan kanji (pasta) sambil dikocok.

— Tambahkan larutan kanji panas dalam 500 ml air yang mengandung 2,5 g NaOH.
Encerkan dengan air sampai 1 liter dan kocok sempurna.

3.1.3. Peralatan

Alat elektrolisa dengan katoda 2 batang karbon ukuran 152 x 6,35 mm yang dibungkus dengan sarung porselen dan contoh sebagai anoda. Gelas kimia kecil yang dilengkapi dengan pengaduk magnit. Contoh digantungkan sedemikian rupa sehingga ada diantara dua katoda.

3.1.4. Cara kerja

— Siapkan sambungan listrik yang dikehendaki.

— Tambahkan HCl (1 + 1) kedalam tabung berpori yang mengandung katoda karbon.

— Suspensikan contoh diatas pengaduk magnetik

Tambahkan larutan baku KIO_3 — KI kedalam gelas kimia 400 ml. (lihat tabel I).

— Tambah dengan cepat 250 ml larutan HCl encer dan kocok kuat-kuat.

— Naikkan gelas kimia sehingga contoh dan sel berpori tercelup.

— Jalankan alat elektrolisa dengan arus 7,75 A/dm^2.

— Atur waktu sesuai dengan tabel dibawah.

— Pindahkan gelas kimia dan tambahkan kira-kira 5 ml larutan kanji. Titrasi dengan larutan baku $Na_2S_2O_3$ sampai menghasilkan warna biru.

— Waktu pelarutan dan jumlah larutan KI — KIO_3 yang digunakan dapat dilihat pada Tabel I.

Tabel I
Waktu Pelarutan dan Jumlah Larutan KI — KIO_3

Jenis	Waktu Peralatan (detik)	Jumlah larutan I — KIO_3 (ml)
Lapis celup panas	90	20
Lapis elektrolitik (e 100)	90	20
Lapis elektrolitik (e 75)	75	20
Lapis elektrolitik (e 50)	60	10
Lapis elektrolitik (e 25)	60	10
Lapis elektrolitik (e 10)	45	10

3.1.5. Perhitungan

Berat lapis timah, gr/m²

$$\frac{A}{B} \times T \times 387{,}45$$

Di mana :

A = Jumlah larutan $KI - KIO_3$ yang digunakan, ml (sesuai Tabel I).
B = jumlah larutan $Na_2S_2O_3$ yang digunakan untuk menitrasi larutan $KI - KIO_3$.
T = normalitas timah.
387,45 = faktor untuk contoh luas 25,81 cm².

3.2. Cara Elektrolisa dengan Arus Konstan

3.2.1. Prinsip

Timah dari contoh lapis timah sebagai anoda dalam larutan elektrolit HCl 0,1 N larutan pada elektrolisa arus konstan. Perbedaan potensial yang terjadi antara contoh dan katoda perak sebagai pembanding dialurkan terhadap waktu pada kertas recorder (pencatat).
Waktu yang dibutuhkan untuk larut timah bebas dan paduan timah, masing-masing dibaca dari hasil yang ditunjukkan pada recorder (lihat gambar) atau pada pembacaan digital.
Berat timah bebas atau berat lapis paduan timah dihitung dengan mempergunakan Hukum Faraday.

3.2.2. Pereaksi

— Larutan elektrolit HCl 0,1 N.
— Larutan pencuci : Aceton.

3.2.3. Peralatan

— Alat "elektro stripping".

3.2.4. Cara kerja

— Bersihkan contoh lapis timah sebagai katoda dengan cara mencelupkan dalam larutan Na_2CO_3 0,5% selama 10 menit dengan rapat arus 0,5 A/m³.
— Atau bersihkan contoh dengan menggunakan kain pembersih dan aseton pekat, atau contoh dicelup dalam aseton, angkat kembali dan keringkan di udara.
— Siapkan peralatan untuk menetapkan berat lapis timah pada contoh, dan tentukan berat lapis timah.

3.2.5. Perhitungan

Hitung berat lapis timah dengan menggunakan persamaan berikut :

A = ITC
B = 0,65 ITC
C = A + B

Di mana :

A = berat lapis timah bebas, gr/m²
I = arus pelarutan
T = waktu yang digunakan untuk menghilangkan timah bebas detik.

C = 0,47654 atau persamaan elektro kimia dari timah yang dihilangkan dalam gr/m^2 untuk luas permukaan 25,81 cm^2 dari lapis timah.
B = berat lapisan paduan timah, gr/m^2
0,65 = Arus yang digunakan untuk menghilangkan paduan timah. Apabila komposisi besi timah adalah $FeSn_2$.
T = Waktu yang diperlukan untuk menghilangkan lapisan paduan detik.
D = berat lapis timah seluruhnya, gr/m^2.

3.3. Cara Sellar's

3.3.1. Prinsip

Contoh lapis timah dilarutkan dengan asam klorida menjadi stanno klorida.
Analisa dilakukan dibawah gas CO_2 untuk mencegah oksidasi stanno menjadi stanni oleh udara.
Timah dititrasi dengan larutan baku iodida-iodat dengan kanji sebagai indikator.

3.3.2. Pereaksi

Pereaksi yang digunakan adalah p.a dan air suling.

a. Asam klorida (HCl) 1 + 1
Tambahkan 1 bagian HCl pekat (bj 1,19) kedalam 1 bagian air dan kocok.

b. Larutan kalium Iodida — kalium Iodat (0,0975 N)
Timbang 21,8 gr KI, 3, 48 gr KIO_3 dan 1,2 gr NaOH Larutkan dalam 1 liter air dan kocok kuat-kuat.
Bakukan larutan sebagai berikut :

- Timbang 0,2500 gr standar timah, 0,5 gr antimon dan 1 gr timbal.
- Masukkan kedalam 500 ml labu Erlenmeyer.
- Tambahkan 200 ml larutan HCl (1 + 1).
- Tutup labu dengan karet yang mempunyai 2 lubang dan hubungkan dengan peralatan yang dipakai.
- Alirkan gas CO_2 kedalam labu erlenmeyer tersebut.
- Simpan labu erlenmeyer diatas pemanas dan biarkan larutan mendidih.
- Didihkan per-lahan-lahan sampai timah melarut sempurna.
- Setelah dingin, titrasi dengan larutan KI-KIO_3 sambil tetap dialiri CO_2 kedalam labu.
  Hitung berat timah yang setara dengan 1 ml larutan Iodat sebagai berikut :

$$\frac{\text{gram timah}}{\text{ml larutan}} \times \frac{A}{B}$$

A = Berat — timah (gr).
B = larutan KI—KIO_3 yang diperlukan untuk titrasi (ml).
C = Larutan kanji sesuai butir 3.1.2. (e).

3.3.3. Peralatan

Bejana Reaksi yaitu labu erlenmeyer 500 ml ditutup dengan tutup yang mempunyai 2 lubang untuk pipa.

3.3.4. Cara Kerja

— Masukkan 200 ml HCl (1 + 1), kedalam labu erlenmeyer.

— Masukkan contoh uji kedalam labu tersebut.

— Tutup labu erlenmeyer tersebut dengan tutup yang mempunyai dua lubang dan alirkan gas CO_2 melalui salah satu lubang selama pelarutan contoh dan dinginkan.

— Panaskan labu diatas pemanas dan didihkan larutan perlahan-lahan. Teruskan pemanasan ± 20 menit sampai contoh melarut sempurna, sampai kelihatan gelembung-gelembung kecil dari gelembung hidrogen menjadi besar.

— Pindahkan segera labu dari pemanas kedalam pendingin tanpa membuka tutup.

— Setelah dingin, buka tutupnya dan ganti dengan tutup karet yang rapat.

— Titrasi dengan larutan KI — KIO_3 sampai mendekati titik akhir, tambahkan larutan kanji, 5 ml, titrasi kembali sampai warna biru.

3.3.5. Perhitungan

Berat lapis timah (gr/m^2) :

$$\frac{(25,81 \times V \times F \times 0,1)}{(0,002581 \times A)}$$

Di mana :

V = Banyaknya larutan KI — KIO_3 yang digunakan untuk titrasi, ml.
F = Faktor larutan grSn/ml larutan (lihat penetapan larutan baku Sn).
A = Luas permukaan lapis timah, cm^2.

3.4. Cara Referee

3.4.1. Prinsip

Contoh lapis timah dilarutkan dengan asam klorida. Tidak dalam bentuk Stanni yang berbentuk direduksi menjadi bentuk Stanno dengan bantuan aluminium.
Kemudian dititrasi dengan baku Iodat — Iodida.

3.4.2. Pereaksi

a. Air bebas O_2
Masukkan gas CO_2 kedalam 3 liter air ± 15 menit.

b. Kawat aluminium (Al) bebas timah dan kemurniannya tidak kurang dari 99,50 % dengan panjang ± 178 mm atau berat ± 1 gr.

c. Larutkan Kalium Iodat — Kalium Iodida (0,05 N) 1 ml 0,0029 gr timah.
Larutkan 1,7600 gr KIO_3 dalam 200 ml air yang mengandung 0,5 gr KOH dan 15,0 gr KI.
Setelah larut sempurna, masukkan kedalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

d. Larutkan kanji (1 gr/100 ml)
Tambahkan 1 gram kanji kedalam 5 ml air dan aduk sampai menyerupai pasta.
Masukkan pasta tadi ke dalam 100 ml air mendidih dinginkan larutan sebelum dipakai.
Larutan ini dibuat sesaat sebelum dipakai.

e. Larutan baku timah (1 ml = 0,0029 gr timah)
Timbang dengan tepat 2,9 gram timah.
Larutkan dalam 100 ml HCl pekat (bj 1,19) pada suhu ruangan. Setelah larut semua, pindahkan kedalam labu ukur 1 liter, encerkan dengan HCl (1 + 1) sampai tanda batas dan kocok.

f. Logam timah
Kemurnian 99,95% atau lebih.

g. Logam Antimon 80 mesh.

3.4.3. Peralatan

a. Alat elektrolisa dengan elektroda platina.
b. Buret 50 ml.
c. Alat pereduksi timah.
Suatu perlengkapan untuk mengalirkan gas CO_2 dalam botol pereaksi yang akan digunakan.

3.4.4. Cara kerja

— Tempatkan contoh lapis timah diantara 2 katoda platina.
— Masukkan kedalam gelas kimia 250 ml.
— Tambahkan 150 ml HCl (1 + 1) dan larutkan pada suhu ruangan.
— Setelah lapisan timah, termasuk lapisan paduan dipisahkan dari contoh, cuci dengan air suling.
— Kumpulkan larutan cucian dalam gelas kimia 250 ml.
— Pindahkan larutan kedalam erlenmeyer 500 ml.
— Tambahkan 1 gram kawat Aluminium dan ± 0,1 gram logam Antimon (80 mesh).
— Hubungkan botol pereaksi dengan alat pereduksi
Alirkan gas CO_2 kedalam botol dan alirkan terus sampai botol pereaksi dipisahkan dengan alat.
— Setelah kawat Al larut, panaskan larutan dan didihkan perlahan-lahan selama 15 menit.
— Dinginkan larutan pada 20 °C. Pisahkan labu dari alat pereduksi, tambahkan 5 ml larutan kanji dan segera tutup dengan tutup karet yang berlubang. Titrasi dengan larutan baku Iodat melalui lubang tadi sampai titik akhir berwarna biru.

3.4.5. Perhitungan

Hitung berat timah gr/m² sebagai berikut :

$$A \times B \times C = \frac{\text{gram}}{m^2}$$

Di mana :

A = banyaknya larutan baku Iodat — Iodida, ml.
B = normalitas timah.
C = 387,45 (faktor dari gram timah pada 25,81 cm^2 contoh/m^2).